

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-338339

(43)Date of publication of application : 27.11.2002

(51)Int.Cl.

C04B 35/26
C04B 35/30
C04B 35/38
H01F 1/36
H05K 9/00

(21)Application number : 2001-147466 (71)Applicant : FDK CORP

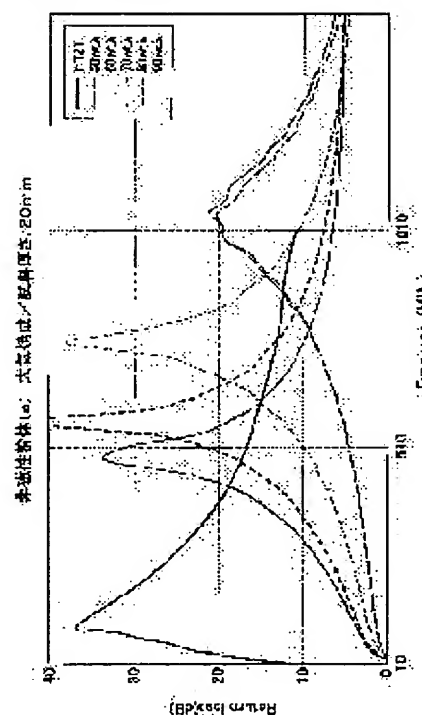
(22)Date of filing : 17.05.2001 (72)Inventor : MATSUO YOSHIO
TANIMORI HOMARE
AKIYAMA TETSUSHI

(54) METHOD FOR MANUFACTURING OXIDE MAGNETIC MATERIAL

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for manufacturing an oxide magnetic material which can heighten return loss and can reveal excellent electric wave absorbing performance even at high frequency band.

SOLUTION: The ferrite powder of MnZn base, NiZn base, MgZn base or the like and nonmagnetic powder (industrial potter's clay) which contains silica, alumina, alkali or the like and is measured at a prescribed amount are dry blended by a blender so as to attain a prescribed blending ratio to manufacture blended powder. Molding pressure is applied to the blended powder to mold a prescribed shape, then obtained molding is fired at a set top temperature for a prescribed time in air or in an atmosphere to manufacture a sintered compact. Obtained sintered compact is processed to a prescribed shape to manufacture an oxide magnetic material. The sintered compact can heighten return loss to ≥ 20 dB at a broad band extending from several tens MHz to several GHz by adjusting thickness, for example, and can be favorably used as an electric wave absorber.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 25.12.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

* NOTICES *

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The manufacture approach of the oxide magnetic material characterized by fabricating and calcinating after mixing the nonmagnetic fine particles containing a silica, an alumina, and alkali to ferrite fine particles, manufacturing mixed fine particles to them, then coming to them and carrying out gas conditioning to them.

[Claim 2] For 50-58-mol % and MnO, Fe₂O₃ is [said ferrite fine particles / 12-47 mol % and ZnO] the manufacture approach of an oxide magnetic material according to claim 1 that it is characterized by being 3-30-mol% of presentation.

[Claim 3] For 43-50-mol % and ZnO, Fe₂O₃ is [said ferrite fine particles / 10-35 mol % and CuO / 3-15 mol % and the remainder] the manufacture approach of an oxide magnetic material according to claim 1 that it is characterized by being the presentation of NiO.

[Claim 4] For 46-49-mol % and MgO, Fe₂O₃ is [said ferrite fine particles / 24-27 mol % and ZnO / 18-21 mol % and MnO / 4-7 mol % and CuO] the manufacture approach of an oxide magnetic material according to claim 1 that it is characterized by being 1-4-mol% of presentation.

[Claim 5] The particle diameter of said ferrite fine particles is the manufacture approach of an oxide magnetic material given in any 1 term of claims 1-4 characterized by being 1000 micrometers or less.

[Claim 6] For a 30 - 85wt% and alumina component, a silica component is [said nonmagnetic fine particles / a 10 - 45wt% and alkali component] the manufacture approach of an oxide magnetic material given in any 1 term of claims 1-5 to which it is characterized by being 5 - 25wt% of presentation.

[Claim 7] Said alkali component is the manufacture approach of an oxide magnetic material given in any 1 term of claims 1-6 characterized by being MgO, CaO, K₂O, or Na₂O.

[Claim 8] The particle diameter of said nonmagnetic fine particles is the manufacture approach of an oxide magnetic material given in any 1 term of claims 1-7 characterized by being 500 micrometers or less.

[Claim 9] said nonmagnetic fine particles -- an organic binder -- more than 0.1wt% -- the manufacture approach of an oxide magnetic material given in claims 1-8 characterized by containing.

[Claim 10] It is the manufacture approach of the oxide magnetic material according to claim 2 characterized by said baking performing temperature as 900-1200 degrees C in atmospheric air or an ambient atmosphere.

[Claim 11] It is the manufacture approach of the oxide magnetic material according to claim 3 characterized by said baking performing temperature as 800-1100 degrees C in atmospheric air.

[Claim 12] It is the manufacture approach of the oxide magnetic material according to claim 4 characterized by said baking performing temperature as 900-1200 degrees C in atmospheric air.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention more specifically relates to amelioration of improvement in an electric-wave absorption property, and the manufacture approach of an oxide magnetic material of having aimed at the improvement, about the manufacture approach of an oxide magnetic material by mixing nonmagnetic fine particles, such as a silica, an alumina, and alkali, to ferrite fine particles.

[0002]

[Background of the Invention] Ferrite ingredients, such as a MnZn system, a NiZn system, and a MgZn system, are used for example, for various cores. Moreover, the ferrite ingredient to apply may be applied to a porcelain tile, a wave absorber, etc.

[0003] However, if an electric-wave absorption property (return loss) is evaluated, although return loss will be made to a high price in a frequency band low in comparison and a property desirable as a wave absorber will be acquired in the conventional ferrite system magnetic material, if it becomes a high frequency band, return loss serves as a low value and cannot apply to a wave absorber in such a frequency band.

[0004] The place which this invention was made in view of the above-mentioned background, and is made into the purpose solves the above-mentioned problem, and return loss is made as for it to a high price even in a high frequency band, and it is to offer the manufacture approach of the oxide magnetic material which may discover a good electric-wave absorption property.

[0005]

[Means for Solving the Problem] In order to attain the above-mentioned purpose, the manufacture approach of the oxide magnetic material concerning this invention mixed the nonmagnetic fine particles which contain a silica, an alumina, and alkali in ferrite fine particles, manufactured mixed fine particles, and after coming next and carrying out gas conditioning, they are fabricated and it calcinated them.

[0006] As described above according to the place which carried out learning from the experimental result, the nonmagnetic fine particles which contain a silica, an alumina, and alkali in ferrite fine particles were mixed, granulation, gas conditioning, and the sintered compact fabricated and calcinated became the thing which made the special feature of each mixed ingredient act mutually, return loss was made to the high price even in the high frequency band, and it has checked that a good electric-wave absorption property might be discovered.

[0007] Fe₂O₃ of said ferrite fine particles is that 50-58-mol % and MnO consider, and ZnO considers as 3-30-mol% of presentation 12-47-mol%. This range is range where a high property is acquired as a MnZn system ferrite.

[0008] It is good for baking in this case to perform temperature at 900-1200 degrees C in atmospheric air or an ambient atmosphere. When a sample will fuse if it exceeds 1200 degrees C, and it becomes impossible to hold a configuration and is less than 900 degrees C, the temperature requirement which described above the reinforcement and many properties as a sintered compact from it becoming impossible to fully obtain is good.

[0009] Moreover, 10-35-mol % and CuO can also consider, and the remainder can also consider [Fe 2O₃ / 43-50-mol % and ZnO] said ferrite fine particles as the presentation of NiO 3-15-mol%. This range is range where a high property is acquired as a NiZn system ferrite.

[0010] It is good for baking in this case to perform temperature at 800-1100 degrees C in atmospheric air. When a sample will fuse if it exceeds 1100 degrees C, and it becomes impossible to hold a configuration and is less than 800 degrees C, the temperature requirement which described above the reinforcement and many properties as a sintered compact from it becoming impossible to fully obtain is good.

[0011] as still more nearly another presentation -- said ferrite fine particles -- 18-21-mol % and MnO can also consider, and CuO can also consider [Fe 2O₃ / 46-49 mol % and MgO / 24-27 mol % and ZnO] as 1-4-mol% of presentation 4-7-mol%. This range is range where a high property is acquired as a MgZn system ferrite.

[0012] It is good for baking in this case to perform temperature at 900-1200 degrees C in atmospheric air. When a sample will fuse if it exceeds 1200 degrees C, and it becomes impossible to hold a configuration and is less than 900 degrees C, the temperature requirement which described above the reinforcement and many properties as a sintered compact from it becoming impossible to fully obtain is good.

[0013] On the other hand, the particle diameter of said ferrite fine particles is good to be referred to as 1000 micrometers or less. Most is 1000 micrometers or less and the particle diameter of the ferrite fine particles containing floc is because there is the need of performing a crack and a classification in the particle size beyond it for flattening on the front face of a sintered compact.

[0014] Moreover, a 30 - 85wt% and alumina component has a silica component desirable [said nonmagnetic fine particles], when a 10 - 45wt% and alkali component considers as 5 - 25wt% of presentation. That is, reinforcement will become small if less than the range which a moldability will worsen and will start if an alumina component exceeds the above-mentioned range. The same is said of a silica component. Moreover, if less than the range which reinforcement will become small and will start if an alkali component exceeds the above-mentioned range, burning temperature will become high and the energy cost spent on baking will become large. Therefore, the above-mentioned range is desirable.

[0015] Moreover, in order to make burning temperature low, it is good to use MgO, CaO, K₂O, and Na₂O as said alkali component which constitutes nonmagnetic fine particles. Furthermore, the particle diameter of nonmagnetic fine particles is good to be referred to as 500 micrometers or less again. That is, when it exceeds 500 micrometers, and it mixes with ferrite fine particles, it is because kneading nature will fall and a moldability will be inferior.

[0016] and nonmagnetic fine particles -- an organic binder -- more than 0.1wt% -- containing is desirable. That is, although it can fabricate even if there is no organic binder by having mixed nonmagnetic fine particles, the affinity of direction included at the time of shaping improves. And content of an about [1-2wt%] is more preferably good. In addition, if a content is made [many], the cavity of an organic binder generated by the sintered compact will increase in order to fly at the time of baking. Therefore, in order to manufacture a porous sintered compact, it is good to make [many / (more than 2wt%)] a content. In addition, as nonmagnetic fine particles which fulfill the above-mentioned monograph affair, there is industrial use kaolin, for example.

[0017]

[Embodiment of the Invention] Hereafter, the gestalt of suitable operation of this invention is explained. First, an example of an approach which manufactures an oxide magnetic material, using a MnZn system ferrite ingredient as a gestalt of operation of the 1st of this invention is explained.

[0018] First, in order to carry out specified quantity weighing capacity of MnZn system ferrite fine particles (the product made from FDK, Inc.: 7H10 material), and the nonmagnetic fine particles and to consider as a predetermined mixing ratio, it blends dryly with a mixer. This manufactures mixed fine particles. Nonmagnetic fine particles are industrial use kaolin containing a silica, an alumina, and alkali.

[0019] Next, pressure 2 ton/cm² for shaping is added to those mixed fine particles, it fabricates in a

toroidal ring configuration, baking of 1 hour is performed at the top temperature of 1100 degrees C in atmospheric air after this, and a sintered compact is manufactured. And the obtained sintered compact was processed into the toroidal configuration (outer diameter: 7mm, bore:3mm, thickness:3mm), and the sample (oxide magnetic material) was manufactured.

[0020] In order to prove the effectiveness of the above-mentioned manufacture approach, manufacture conditions were changed, various kinds of samples were manufactured, and the RF property was measured about each sample. Specifically, the coaxial tube (outer diameter: 7mm, bore:3mm) used as the fixture for S parameters and a vector network analyzer are used. And where a sample is set to a coaxial tube, S11 (complex reflection factor) and S21 (complex permeability) parameter is measured from 30MHz in a 6GHz frequency band, and the ingredient constant (μr), i.e., the complex relative permeability, and complex relative permittivity (ϵr) of a sample are calculated from these values. Subsequently, the obtained ingredient constant was substituted for the following type (1) and the formula (2), return loss (Return Loss) was calculated, and the electric-wave absorption property was evaluated from the return loss (R. L.).

[0021]

[Equation 1]

$$Z = \sqrt{\frac{\mu r}{\epsilon r}} \tanh \left[j \frac{2\pi d}{\lambda} \sqrt{\mu r \epsilon r} \right] \quad \dots(1)$$

Z:規格化入ラインピーダンス, $j: \sqrt{-1}$

d:試料の厚さ, λ :波長,

$$\text{Return Loss(R.L.)} = -20 \log_{10} \left| \frac{Z - Z_0}{Z + Z_0} \right| \quad \dots(2)$$

Z_0 : 真空の固有インピーダンス

[0022] Next, the manufacture conditions of a sample are explained. Nonmagnetic fine particles (industrial use kaolin) have the layer structure which the crystal structure turns into from aluminum or Si ion including the kaoline (aluminum 2O₃, 2SiO₂.2H₂O) which is a plasticity component. Furthermore, the silica which is a frame component for raising a mechanical strength, and the glass layer component which burns with porcelain-ization at an elevated temperature and promotes tightness are included.

[0023] further -- again -- nonmagnetic fine particles -- an organic binder -- more than 0.1wt% -- it is made to contain in order that this may improve the affinity at the time of shaping -- it is -- for example, about 1-2wt% -- containing is desirable. And the concrete presentation had been carried out as shown in the following table 1, changed the presentation ratio here and used three kinds, the nonmagnetic fine particles a, the nonmagnetic fine particles b, and the nonmagnetic fine particles c.

[0024]

[Table 1]

	非磁性粉体(a)	非磁性粉体(b)	非磁性粉体(c)
SiO ₂	53. 9 (wt%)	55. 1 (wt%)	43. 9 (wt%)
Al ₂ O ₃	23. 7 (wt%)	21. 3 (wt%)	17. 9 (wt%)
Fe ₂ O ₃	6. 9 (wt%)	8. 0 (wt%)	10. 8 (wt%)
SO ₃	4. 1 (wt%)	2. 6 (wt%)	5. 0 (wt%)
MgO	2. 9 (wt%)	4. 3 (wt%)	5. 1 (wt%)
K ₂ O	2. 4 (wt%)	2. 4 (wt%)	1. 7 (wt%)
Na ₂ O	2. 2 (wt%)	1. 5 (wt%)	3. 8 (wt%)
Cl	1. 4 (wt%)	0. 8 (wt%)	4. 2 (wt%)
CaO	1. 2 (wt%)	2. 1 (wt%)	4. 3 (wt%)
TiO ₂	0. 9 (wt%)	1. 1 (wt%)	1. 3 (wt%)

[0025] And the three above-mentioned kinds of both nonmagnetic fine particles are the particles of the shape of the hexagon-head tabular thickness and a tabular path are several micrometers - dozens of micrometers, or a piece of phosphorus. And they are the particle size distribution (60 micrometers or less) shown in drawing 3 from drawing 1, respectively. Moreover, the nonmagnetic fine particles c which show the nonmagnetic fine particles b which show the nonmagnetic fine particles a which mean particle diameter shows to drawing 1 to 10.9 micrometers and drawing 2 to 11.3 micrometers and drawing 3 were 14.7 micrometers.

[0026] MnZn system ferrite fine particles consist of Fe₂O₃ which is a fundamental component, and MnO and ZnO, in addition the minor constituent is contained. 50-58-mol % and MnO are [12-47-mol % and ZnO of a concrete presentation] 3-30-mol %, and Fe₂O₃ set the particle diameter to 1000 micrometers or less.

[0027] In addition, as mixed fine particles, the amount of MnZn system ferrite fine particles manufactured five kinds of things used as 50wt% 60wt% 70wt% 80wt% 90wt%.

[0028] The return loss of each sample was obtained as shown in drawing 9 from drawing 4. Drawing 6 sets thickness constant by 20mm from drawing 4, the experimental result (reflective damping property) at the time of changing the amount of MnZn ferrite fine particles as a parameter is shown, and HT21 material is the conventional material made from FDK, Inc. in each drawing. By each sample of this gestalt, it has checked that return loss 20dB or more was obtained in a UHF band to HT21 material excelling [band / VHF] in the reflective damping property so that clearly from each drawing. Moreover, by changing the amount of mixing shows that the band of reflective attenuation (electric-wave absorption) can be changed, and an electric-wave absorption property can be made to discover suitably about the frequency band for which it asks.

[0029] Moreover, drawing 9 sets the amount of mixing of MnZn ferrite fine particles constant at 70wt (s)% from drawing 7, and the reflective damping property at the time of changing considering the thickness of a sample as a parameter is shown. As shown in this drawing, when the thickness of a sample carries out adjustable (1cm - 5cm) shows that an electric-wave absorption property can be made to discover suitably about the frequency band which the band of reflective attenuation (electric-wave absorption) can be changed to dozens of MHz - several GHz, and asks for it.

[0030] Thus, according to this invention, a good electric-wave absorption property can be acquired in a high frequency band, and, moreover, a band setup of the electric-wave absorption can be set up suitably in a broadband. As this factor, the complex relative permeability of ferrite fine particles, the complex relative permittivity of the nonmagnetic fine particles (industrial use kaolin) containing many alkali components, and the physical properties of the compound which reacted after baking are considered to have discovered proper conditions.

[0031] The gestalt of operation of the 2nd of this invention is explained. With this gestalt, it was made to perform not atmospheric-air baking but ambient atmosphere baking the manufacture conditions of a

sintered compact, i.e., baking processing, on the basis of the above-mentioned gestalt of the 1st operation.

[0032] That is, first, like the gestalt of the 1st operation, in order to carry out specified quantity weighing capacity of MnZn system ferrite fine particles (the product made from FDK, Inc.: 7H10 material), and the nonmagnetic fine particles and to consider as a predetermined mixing ratio, it blends dryly with a mixer. This manufactures mixed fine particles. Nonmagnetic fine particles are industrial use kaolin containing a silica, an alumina, alkali, etc.

[0033] Next, pressure 2 ton/cm² for shaping is added to those mixed fine particles, it fabricates in a toroidal ring configuration, baking of 1 hour is performed at the top temperature of 1100 degrees C in the ambient atmosphere mentioned later after this, and a sintered compact is manufactured.

[0034] As ambient atmosphere baking is shown in drawing 10 at this time, after heating to the top temperature of 1100 degrees C at the temperature rate of 300 degrees C/hr and maintaining that top temperature of 1100 degrees C for 1 hour, it considered as a temperature setup of returning to ordinary temperature at the temperature rate of 300 degrees C/hr. And the inside of a temperature up made a setup of an ambient atmosphere into atmospheric air from ordinary temperature at 600 degrees C, and from 600 degrees C, the inside of a temperature up made it into N₂+O₂ ambient atmosphere, while holding at 1100 degrees C, it was made into 4 - 14% of Po₂ ambient atmosphere, while lowering the temperature from 1100 degrees C to 900 degrees C, it was made into N₂+O₂ ambient atmosphere, and while lowering the temperature in ordinary temperature from 900 degrees C, it was made into atmospheric air at 1100 degrees C. And the obtained sintered compact was processed into the toroidal configuration (outer diameter: 7mm, bore:3mm, thickness:3mm), and the sample (oxide magnetic material) was manufactured.

[0035] In order to prove the effectiveness of the above-mentioned manufacture approach, manufacture conditions were changed, various kinds of samples were manufactured, and the RF property was measured about each sample. The procedure of this property measurement is the same as that of the gestalt of the 1st operation, and omits that explanation.

[0036] Moreover, the manufacture conditions of a sample are the same as the gestalt of the 1st operation. That is, as nonmagnetic fine particles (industrial use kaolin) are shown in said table 1 including a silica, an alumina, alkali, etc., the organic binder component serves as [the silica component / the alumina component / the alkali component] 0.1 - 2wt% of presentation 5 - 25wt% 10 - 45wt% 30 - 85wt%.

[0037] And 50-58-mol % and MnO are [12-47 mol % and ZnO of MnZn system ferrite fine particles] 3-30-mol % as a fundamental component, and Fe₂O₃ set the particle diameter to 1000 micrometers or less.

[0038] The return loss of each sample was obtained as shown in drawing 16 from drawing 11.

Consequently, as shown in drawing 13 from drawing 11 which is an experimental result at the time of changing the amount of mixing of MnZn ferrite fine particles, by each sample of this gestalt, it has checked that the electric-wave absorption property was excellent in a VHF band.

[0039] Moreover, it is the graphical representation showing a reflective damping property when drawing 16 changes the thickness of a sample from drawing 14. An electric-wave absorption property can be made to discover suitably about the frequency band which the band of reflective attenuation (electric-wave absorption) can be changed from a VHF band to near a UHF band, and asks for it by carrying out adjustable [of the thickness of a sample] (1cm - 5cm), as shown in this drawing.

[0040] Therefore, according to this gestalt, like the gestalt of the 1st operation, a good electric-wave absorption property can be acquired in a high frequency band, and, moreover, a band setup of the electric-wave absorption can be set up suitably in a broadband.

[0041] Next, the gestalt of operation of the 3rd of this invention is explained. This gestalt is an example of an approach which manufactures an oxide magnetic material using a NiZn system ferrite ingredient. Fundamental procedure is the same as that of the thing of a MnZn system ferrite ingredient.

[0042] First, like the gestalt of the 1st operation, in order to carry out specified quantity weighing capacity of NiZn system ferrite fine particles (the product made from FDK, Inc.: L59 material), and the

nonmagnetic fine particles and to consider as a predetermined mixing ratio, it blends dryly with a mixer. This manufactures mixed fine particles. Nonmagnetic fine particles are industrial use kaolin containing a silica, an alumina, alkali, etc.

[0043] Next, pressure 2 ton/cm² for shaping is added to those mixed fine particles, it fabricates in a toroidal ring configuration, baking of 1 hour is performed at the top temperature of 1100 degrees C in atmospheric air after this, and a sintered compact is manufactured. And the obtained sintered compact was processed into the toroidal configuration (outer diameter: 7mm, bore:3mm, thickness:3mm), and the sample (oxide magnetic material) was manufactured.

[0044] In order to prove the effectiveness of the above-mentioned manufacture approach, manufacture conditions were changed, various kinds of samples were manufactured, and the RF property was measured about each sample. Since the procedure of this property measurement is the same as that of the gestalt of the 1st operation, that explanation is omitted.

[0045] Moreover, the manufacture conditions of a sample are the same as the gestalt of the 1st operation. That is, as nonmagnetic fine particles (industrial use kaolin) are shown in said table 1 including a silica, an alumina, alkali, etc., the organic binder component serves as [the silica component / the alumina component / the alkali component] 0.1 - 2wt% of presentation 5 - 25wt% 10 - 45wt% 30 - 85wt%.

[0046] And for Fe₂O₃, 43-50-mol % and ZnO are [10-35 mol % and CuO] 3-15-mol % as a fundamental component, the remainder of NiZn system ferrite fine particles is the presentation of NiO, and the particle diameter is 1000 micrometers or less.

[0047] The return loss of each sample was able to be obtained like the gestalt of the 1st operation. Consequently, by each sample of this gestalt, it has checked that return loss 10dB or more was obtained in several hundreds of MHz band - GHz band.

[0048] Moreover, it checked that an electric-wave absorption property could be made to discover suitably about the frequency band which the band of reflective attenuation (electric-wave absorption) can be changed, and asks for it by carrying out adjustable [of the thickness of a sample].

[0049] Therefore, like the gestalt of the 1st operation, a good electric-wave absorption property can be acquired in a high frequency band, and, moreover, a band setup of the electric-wave absorption can be set up suitably in a broadband.

[0050] The gestalt of operation of the 4th of this invention is explained. This gestalt is an example of an approach which manufactures an oxide magnetic material using a MgZn system ferrite ingredient. Fundamental procedure is the same as that of the thing of a MnZn system ferrite ingredient.

[0051] First, like the gestalt of the 1st operation, in order to carry out specified quantity weighing capacity of MgZn system ferrite fine particles (the product made from FDK, Inc.: HD12 material), and the nonmagnetic fine particles and to consider as a predetermined mixing ratio, it blends dryly with a mixer. This manufactures mixed fine particles. Nonmagnetic fine particles are industrial use kaolin containing a silica, an alumina, alkali, etc.

[0052] Next, pressure 2 ton/cm² for shaping is added to those mixed fine particles, it fabricates in a toroidal ring configuration, baking of 1 hour is performed at the top temperature of 1200 degrees C in atmospheric air after this, and a sintered compact is manufactured. And the obtained sintered compact was processed into the toroidal configuration (outer diameter: 7mm, bore:3mm, thickness:3mm), and the sample (oxide magnetic material) was manufactured.

[0053] In order to prove the effectiveness of the above-mentioned manufacture approach, manufacture conditions were changed, various kinds of samples were manufactured, and the RF property was measured about each sample. The procedure of this property measurement is the same as that of the gestalt of the 1st operation, and omits that explanation.

[0054] Moreover, the manufacture conditions of a sample are the same as the gestalt of the 1st operation. That is, as nonmagnetic fine particles (industrial use kaolin) are shown in said table 1 including a silica, an alumina, alkali, etc., the organic binder component serves as [the silica component / the alumina component / the alkali component] 0.1 - 2wt% of presentation 5 - 25wt% 10 - 45wt% 30 - 85wt%.

[0055] and MgZn system ferrite fine particles -- as a fundamental component, for 24-27-mol % and ZnO, 18-21-mol % and MnO are [Fe 2O3 / 46-49 mol % and MgO / 4-7 mol % and CuO] 1-4-mol %, and the particle diameter is 1000 micrometers or less.

[0056] The return loss of each sample was able to be obtained like the gestalt of the 1st operation. Consequently, by each sample of this gestalt, it has checked that return loss 10dB or more was obtained in several hundreds of MHz band - GHz band.

[0057] Moreover, it checked that an electric-wave absorption property could be made to discover suitably about the frequency band which the band of reflective attenuation (electric-wave absorption) can be changed, and asks for it by carrying out adjustable [of the thickness of a sample].

[0058] Therefore, like the gestalt of the 1st operation, a good electric-wave absorption property can be acquired in a high frequency band, and, moreover, a band setup of the electric-wave absorption can be set up suitably in a broadband.

[0059]

[Effect of the Invention] as mentioned above, by the manufacture approach of the oxide magnetic material concerning this invention Carry out specified quantity weighing capacity of the nonmagnetic fine particles (industrial use kaolin) which contain a silica, an alumina, alkali, etc. in ferrite fine particles, such as a MnZn system, a NiZn system, and a MgZn system, and mixed fine particles are manufactured. Since apply compacting pressure to those mixed fine particles, it fabricates in a predetermined configuration, predetermined time is calcinated at setting top temperature in atmospheric air or an ambient atmosphere after this and a sintered compact is manufactured The obtained sintered compact (oxide magnetic material) becomes the thing which made the special feature of each mixed ingredient act mutually, and return loss is made as for it to a high price, and it discovers a good electric-wave absorption property even in a high frequency band.

[0060] Moreover, taking advantage of the special feature of each mixed ingredient, a band setup of electric-wave absorption can be set up suitably, and can be preferably used as a wave absorber in a broadband.

[Translation done.]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-338339

(P2002-338339A)

(43)公開日 平成14年11月27日(2002.11.27)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームト* (参考)
C 0 4 B 35/26		C 0 4 B 35/30	C 4 G 0 1 8
35/30		35/38	Z 5 E 0 4 1
35/38		H 0 1 F 1/36	5 E 3 2 1
H 0 1 F 1/36		H 0 5 K 9/00	M
H 0 5 K 9/00		C 0 4 B 35/26	Z
審査請求 未請求 請求項の数12 O L (全 12 頁) 最終頁に続く			

(21)出願番号 特願2001-147466(P2001-147466)

(22)出願日 平成13年5月17日(2001.5.17)

特許法第30条第1項適用申請有り 2001年2月25日
(株) ティー・アイ・シー発行の「Materials
Integration ELECTRONIC C
ERAMICS 2001 No. 3 Vol. 14」に発表

(71)出願人 000237721

エフ・ディー・ケイ株式会社
東京都港区新橋5丁目36番11号

(72)発明者 松尾 良夫

東京都港区新橋5丁目36番11号 エフ・デ
ィー・ケイ株式会社内

(72)発明者 谷森 誉

東京都港区新橋5丁目36番11号 エフ・デ
ィー・ケイ株式会社内

(74)代理人 100092598

弁理士 松井 伸一

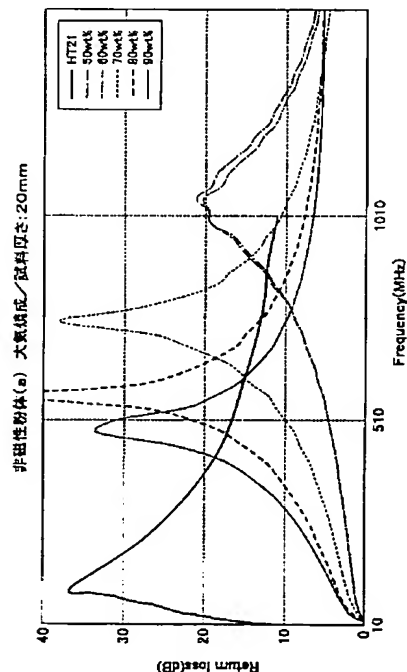
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 酸化物磁性材料の製造方法

(57)【要約】

【課題】 高い周波数帯域でも反射減衰量を高値にで
き、良好な電波吸収特性を発現し得る酸化物磁性材料の
製造方法を提供すること

【解決手段】 MnZn系, NiZn系, MgZn系な
どのフェライト粉体に、シリカ, アルミナ, アルカリ等
を含む非磁性粉体(工業用陶土)を所定量秤量し、所定
の混合比とするために混合機により乾式混合し、混合粉
体を製造する。その混合粉体に成形圧力を加えて、所定
形状に成形し、この後、大気中あるいは雰囲気中にて設
定トップ温度で所定時間の焼成を行い、焼結体を製造す
る。得られた焼結体を所定形状に加工し、酸化物磁性材
料を製造する。この焼結体は、例えば厚みを調整するこ
とにより、数十MHz~数GHzに渡る広帯域で反射減
衰量(Return Loss)を高値(20dB以
上)にでき、電波吸収体として好ましく使用できる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 フェライト粉体に、シリカ、アルミナ、アルカリを含む非磁性粉体を混合して混合粉体を製造し、

次に造粒して調湿した後に、成形して焼成することを特徴とする酸化物磁性材料の製造方法。

【請求項2】 前記フェライト粉体は、 Fe_2O_3 が50～58モル％、 MnO が12～47モル％、 ZnO が3～30モル％の組成であることを特徴とする請求項1に記載の酸化物磁性材料の製造方法。

【請求項3】 前記フェライト粉体は、 Fe_2O_3 が43～50モル％、 ZnO が10～35モル％、 CuO が3～15モル％、残部が NiO の組成であることを特徴とする請求項1に記載の酸化物磁性材料の製造方法。

【請求項4】 前記フェライト粉体は、 Fe_2O_3 が46～49モル％、 MgO が24～27モル％、 ZnO が18～21モル％、 MnO が4～7モル％、 CuO が1～4モル％の組成であることを特徴とする請求項1に記載の酸化物磁性材料の製造方法。

【請求項5】 前記フェライト粉体の粒子径は、1000 μm 以下であることを特徴とする請求項1から4のいずれか1項に記載の酸化物磁性材料の製造方法。

【請求項6】 前記非磁性粉体は、シリカ成分が30～85wt％、アルミナ成分が10～45wt％、アルカリ成分が5～25wt％の組成であることを特徴とする請求項1から5のいずれか1項に記載の酸化物磁性材料の製造方法。

【請求項7】 前記アルカリ成分は、 MgO 、 CaO 、 K_2O 、 Na_2O のいずれかであることを特徴とする請求項1から6のいずれか1項に記載の酸化物磁性材料の製造方法。

【請求項8】 前記非磁性粉体の粒子径は、500 μm 以下であることを特徴とする請求項1から7のいずれか1項に記載の酸化物磁性材料の製造方法。

【請求項9】 前記非磁性粉体は、有機バインダーを0.1wt％以上含むことを特徴とする請求項1から8に記載の酸化物磁性材料の製造方法。

【請求項10】 前記焼成は、大気中あるいは雰囲気中で温度を900～1200℃として行うことを特徴とする請求項2に記載の酸化物磁性材料の製造方法。

【請求項11】 前記焼成は、大気中で温度を800～1100℃として行うことを特徴とする請求項3に記載の酸化物磁性材料の製造方法。

【請求項12】 前記焼成は、大気中で温度を900～1200℃として行うことを特徴とする請求項4に記載の酸化物磁性材料の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、酸化物磁性材料の製造方法に関するもので、より具体的にはフェライト粉

体に、シリカ、アルミナ、アルカリ等の非磁性粉体を混合することにより電波吸収特性の向上、改善を図るようにした酸化物磁性材料の製造方法の改良に関する。

【0002】

【発明の背景】 MnZn 系、 NiZn 系、 MgZn 系などのフェライト材料は、例えば各種コアに用いられている。また、係るフェライト材料は、磁性タイルや電波吸収体等へ適用することもある。

【0003】しかしながら、電波吸収特性（反射減衰量）を評価すると、従来のフェライト系磁性材料では比較的に低い周波数帯域では反射減衰量を高値にでき、電波吸収体として好ましい特性が得られるものの、高い周波数帯域になると反射減衰量が低値となり、そうした周波数帯域で電波吸収体には適用できない。

【0004】本発明は、上記した背景に鑑みてなされたもので、その目的とするところは、上記した問題を解決し、高い周波数帯域でも反射減衰量を高値にでき、良好な電波吸収特性を発現し得る酸化物磁性材料の製造方法を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】上記した目的を達成するために、本発明に係る酸化物磁性材料の製造方法は、フェライト粉体に、シリカ、アルミナ、アルカリを含む非磁性粉体を混合して混合粉体を製造し、次に造粒して調湿した後に、成形して焼成するようにした。

【0006】実験結果から知得したところによれば、上記したように、フェライト粉体に、シリカ、アルミナ、アルカリを含む非磁性粉体を混合し、造粒、調湿、成形、焼成した焼結体は、混合した各材料の特質を相互に作用させたものとなり、高い周波数帯域でも反射減衰量を高値にでき、良好な電波吸収特性を発現し得ることを確認できた。

【0007】前記フェライト粉体は、 Fe_2O_3 が50～58モル％、 MnO が12～47モル％、 ZnO が3～30モル％の組成とすることである。この範囲が、 MnZn 系フェライトとして、高特性が得られる範囲である。

【0008】この場合の焼成は、大気中あるいは雰囲気中で温度を900～1200℃で行うと良い。1200℃を超えると試料が溶融して形状を保持できなくなり、900℃を下回ると焼結体としての強度及び諸特性を十分に得ることができなくなることから、上記した温度範囲がよい。

【0009】また、前記フェライト粉体は、 Fe_2O_3 が43～50モル％、 ZnO が10～35モル％、 CuO が3～15モル％、残部が NiO の組成とすることもできる。この範囲が、 NiZn 系フェライトとして、高特性が得られる範囲である。

【0010】この場合の焼成は、大気中で温度を800～1100℃で行うとよい。1100℃を超えると試料

が熔融して形状を保持できなくなり、800℃を下回ると焼結体としての強度及び諸特性を十分に得ることができなくなることから、上記した温度範囲がよい。

【0011】さらに別の組成としては、前記フェライト粉体は、Fe₂O₃が46～49モル％、MgOが24～27モル％、ZnOが18～21モル％、MnOが4～7モル％、CuOが1～4モル％の組成とすることもできる。この範囲が、MgZn系フェライトとして、高特性が得られる範囲である。

【0012】この場合の焼成は、大気中で温度を900～1200℃で行うと良い。1200℃を超えると試料が熔融して形状を保持できなくなり、900℃を下回ると焼結体としての強度及び諸特性を十分に得ることができなくなることから、上記した温度範囲がよい。

【0013】一方、前記フェライト粉体の粒子径は、1000μm以下とするといよい。凝集体を含むフェライト粉体の粒子径は、ほとんどが1000μm以下であり、それ以上の粒径では焼結体表面の平坦化のために解砕、分級を行う必要があるためである。

【0014】また、前記非磁性粉体は、シリカ成分が30～85wt％、アルミナ成分が10～45wt％、アルカリ成分が5～25wt％の組成とすると好ましい。すなわち、アルミナ成分が上記範囲を超えると成形性が悪くなり、係る範囲を下回ると強度が小さくなる。シリカ成分も同様である。また、アルカリ成分が上記範囲を超えると強度が小さくなり、係る範囲を下回ると焼成温度が高くなって焼成に費やすエネルギーコストが大きくなる。従って、上記した範囲が好ましい。

【0015】また、焼成温度を低くするためには、非磁性粉体を構成する前記アルカリ成分として、MgO、CaO、K₂O、Na₂Oを用いるといよい。更にまた、非磁性粉体の粒子径は、500μm以下とするのがよい。すなわち、500μmを超えると、フェライト粉体と混合した際に混練性が低下して成形性が劣ることになるためである。

【0016】そして非磁性粉体は、有機バインダーを0.1wt％以上含むことが好ましい。つまり、非磁性粉体を混合したことにより、有機バインダーが無くても成形することはできるが、含ませた方が成形時の結合性が向上する。そして、より好ましくは1～2wt％程度の含有がよい。なお、含有量を多くすると、有機バインダーは焼成時に飛ぶため、焼結体に生成される空洞が増す。よって、ポーラスな焼結体を製造するためには、含有量を多く(2wt％以上)すると良い。なお、上記した各条件を満たすような非磁性粉体としては、例えば、工業用陶土がある。

【0017】

【発明の実施の形態】以下、本発明の好適な実施の形態を説明する。まず、本発明の第1の実施の形態として、MnZn系フェライト材料を用いて酸化物磁性材料を製

造する方法の一例を説明する。

【0018】まず、MnZn系フェライト粉体(FDK株式会社製：7H10材)と非磁性粉体を所定量秤量し、所定の混合比とするために混合機により乾式混合する。これにより、混合粉体を製造する。非磁性粉体は、シリカ、アルミナ、アルカリを含む工業用陶土である。

【0019】次に、その混合粉体に成形のための圧力2ton/cm²を加えて、トロイダルリング形状に成形し、この後、大気中にてトップ温度1100℃で1時間の焼成を行い、焼結体を製造する。そして、得られた焼結体をトロイダル形状(外径：7mm、内径：3mm、厚さ：3mm)に加工し、試料(酸化物磁性材料)を製造した。

【0020】上記製造方法の効果を実証するため、製造条件を替えて各種の試料を製造し、各試料について高周波特性を測定した。具体的には、Sパラメータ用測定治具となる同軸管(外径：7mm、内径：3mm)と、ベクトルネットワークアナライザを使用する。そして、試料を同軸管にセットした状態で、30MHzから6GHzの周波数帯域でS₁₁(複素反射率)及びS₂₁(複素透過率)パラメータを測定し、これらの値から試料の材料定数つまり複素比透磁率(μ_r)と複素比誘電率(ε_r)を求める。次いで、得られた材料定数を、下記式(1)、式(2)に代入して反射減衰量(Return Loss)を求め、その反射減衰量(R.L.)から電波吸収特性を評価した。

【0021】

【数1】

$$Z = \sqrt{\frac{\mu_r}{\epsilon_r}} \tanh \left[j \frac{2\pi d}{\lambda} \sqrt{\mu_r \epsilon_r} \right] \quad \dots(1)$$

Z:規格化入カインピーダンス, j:√-1
d:試料の厚さ, λ:波長,

$$\text{Return Loss (R.L.)} = -20 \log_{10} \left| \frac{Z - Z_0}{Z + Z_0} \right| \quad \dots(2)$$

Z₀:真空の固有インピーダンス

【0022】次に、試料の製造条件について説明する。非磁性粉体(工業用陶土)は、可塑性成分であるカオリン鉱物(Al₂O₃・2SiO₂・2H₂O)を含み、結晶構造はAlやSiイオンからなる層状構造となっている。さらに、機械的強度を向上させるための骨格成分であるシリカと、高温で磁器化と焼き締まりを促進するガラス層成分を含む。

【0023】さらにまた、非磁性粉体には、有機バインダーを0.1wt％以上含ませる。これは成形時の結合性をよくするためであり、例えば1～2wt％程度含むことが好ましい。そして、具体的な組成は、下記表1のようにしてあり、ここでは組成比を変更して非磁性粉体

a. 非磁性粉体b, 非磁性粉体cの3種類を用いた。 *【表1】

【0024】

*

	非磁性粉体(a)	非磁性粉体(b)	非磁性粉体(c)
SiO ₂	53.9 (wt%)	55.1 (wt%)	43.9 (wt%)
Al ₂ O ₃	23.7 (wt%)	21.3 (wt%)	17.9 (wt%)
Fe ₂ O ₃	6.9 (wt%)	8.0 (wt%)	10.8 (wt%)
SO ₃	4.1 (wt%)	2.6 (wt%)	5.0 (wt%)
MgO	2.9 (wt%)	4.3 (wt%)	5.1 (wt%)
K ₂ O	2.4 (wt%)	2.4 (wt%)	1.7 (wt%)
Na ₂ O	2.2 (wt%)	1.5 (wt%)	3.8 (wt%)
Cl	1.4 (wt%)	0.8 (wt%)	4.2 (wt%)
CaO	1.2 (wt%)	2.1 (wt%)	4.3 (wt%)
TiO ₂	0.9 (wt%)	1.1 (wt%)	1.3 (wt%)

【0025】そして、上記3種類の非磁性粉体は、共に厚さ及び径が数 μm ～数十 μm の六角板状または鱗片状の粒子である。そして、それぞれ図1から図3に示す粒度分布(60 μm 以下)となっている。また、平均粒子径が、図1に示す非磁性粉体aは10.9 μm 、図2に示す非磁性粉体bは11.3 μm 、図3に示す非磁性粉体cは14.7 μm であった。

【0026】MnZn系フェライト粉体は、基本成分であるFe₂O₃、MnO、ZnOからなり、その他、微量成分が含まれている。具体的な組成は、Fe₂O₃が50～58モル％、MnOが12～47モル％、ZnOが3～30モル％であり、その粒子径は1000 μm 以下とした。

【0027】なお、混合粉体としては、MnZn系フェライト粉体の量が、90wt％、80wt％、70wt％、60wt％、50wt％となる5種類のものを製造した。

【0028】各試料の反射減衰量は、図4から図9に示すように得られた。図4から図6は、厚さを20mmで一定とし、MnZnフェライト粉体の量をパラメータとして変えた場合の実験結果(反射減衰特性)を示しており、各図においてHT21材はFDK株式会社製の従来材である。各図から明らかなように、HT21材がVHF帯域で反射減衰特性が優れているのに対して、本形態の各試料では、UHF帯域にて20dB以上の反射減衰量が得られることを確認できた。また、混合量を変えることにより、反射減衰(電波吸収)の帯域を変化させることができ、所望する周波数帯域について電波吸収特性を適宜に発現させることができることがわかる。

【0029】また、図7から図9は、MnZnフェライト粉体の混合量を70wt％で一定とし、試料の厚さをパラメータとして変えられた場合の反射減衰特性を示している。同図に示すように、試料の厚さが可変(1cm～5cm)することにより、反射減衰(電波吸収)の帯域を数十MHz～数GHzまで変化させることができ、※50

※所望する周波数帯域について電波吸収特性を適宜に発現させることができることがわかる。

【0030】このように、本発明によれば、高い周波数帯域で良好な電波吸収特性を得ることができ、しかもその電波吸収の帯域設定を広帯域で適宜に設定可能である。この要因としては、フェライト粉体の複素比透磁率とアルカリ成分を多く含む非磁性粉体(工業用陶土)の複素比誘電率、及び焼成後に反応した化合物の物性が適正な条件を発現したものと考えられる。

【0031】本発明の第2の実施の形態を説明する。本形態では、上記した第1の実施の形態を基本とし、焼結体の製造条件、つまり、焼成処理を、大気焼成ではなく雰囲気焼成を行うようにした。

【0032】すなわち、まず第1の実施の形態と同様に、MnZn系フェライト粉体(FDK株式会社製：7H10材)と非磁性粉体を所定量秤量し、所定の混合比とするために混合機により乾式混合する。これにより、混合粉体を製造する。非磁性粉体は、シリカ、アルミナ、アルカリ等を含む工業用陶土である。

【0033】次に、その混合粉体に成形のための圧力2ton/cm²を加えて、トロイダルリング形状に成形し、この後、後述する雰囲気中にてトップ温度1100℃で1時間の焼成を行い、焼結体を製造する。

【0034】このとき、雰囲気焼成は、図10に示すように、300℃/hrの温度レートでトップ温度1100℃まで加熱し、そのトップ温度1100℃を1時間保った後に、300℃/hrの温度レートで常温に戻すという温度設定とした。そして、雰囲気の設定は常温から600℃に昇温中は大気とし、600℃から1100℃に昇温中はN₂+O₂雰囲気とし、1100℃に保持中は4～14％のP_{o2}雰囲気とし、1100℃から900℃に降温中はN₂+O₂雰囲気とし、900℃から常温に降温中は大気とした。そして、得られた焼結体をトロイダル形状(外径：7mm、内径：3mm、厚さ：3mm)に加工し、試料(酸化物磁性材料)を製造した。

【0035】上記製造方法の効果を実証するため、製造条件を替えて各種の試料を製造し、各試料について高周波特性を測定した。この特性測定の手順は、第1の実施の形態と同様であり、その説明を省略する。

【0036】また、試料の製造条件も第1の実施の形態と同様である。つまり、非磁性粉体（工業用陶土）は、シリカ、アルミナ、アルカリ等を含み、前記表1に示すように、シリカ成分が30～85wt％、アルミナ成分が10～45wt％、アルカリ成分が5～25wt％、有機バインダー成分が0.1～2wt％の組成となっている。

【0037】そして、MnZn系フェライト粉体は、基本成分として Fe_2O_3 が50～58モル％、 MnO が12～47モル％、 ZnO が3～30モル％であり、その粒子径は1000 μm 以下とした。

【0038】各試料の反射減衰量は、図11から図16に示すように得られた。その結果、MnZnフェライト粉体の混合量を変えた場合の実験結果である図11から図13に示すように、本形態の各試料では、VHF帯域で電波吸収特性が優れていることが確認できた。

【0039】また、図14から図16は、試料の厚さを変えた場合の反射減衰特性を示すグラフ図である。同図に示すように、試料の厚さを可変（1cm～5cm）することにより、反射減衰（電波吸収）の帯域をVHF帯からUHF帯付近まで変化させることができ、所望する周波数帯域について電波吸収特性を適宜に発現させることができる。

【0040】従って、本形態によれば、第1の実施の形態と同様に、高い周波数帯域で良好な電波吸収特性を得ることができ、しかもその電波吸収の帯域設定を広帯域で適宜に設定可能である。

【0041】次に、本発明の第3の実施の形態を説明する。本形態は、NiZn系フェライト材料を用いて酸化物磁性材料を製造する方法の一例である。基本的な処理手順は、MnZn系フェライト材料のものと同様である。

【0042】まず第1の実施の形態と同様に、NiZn系フェライト粉体（FDK株式会社製：L59材）と非磁性粉体を所定量秤量し、所定の混合比とするために混合機により乾式混合する。これにより、混合粉体を製造する。非磁性粉体は、シリカ、アルミナ、アルカリ等を含む工業用陶土である。

【0043】次に、その混合粉体に成形のための圧力2ton/cm²を加えて、トロイダルリング形状に成形し、この後、大気中にてトップ温度1100℃で1時間の焼成を行い、焼結体を製造する。そして、得られた焼結体をトロイダル形状（外径：7mm、内径：3mm、厚さ：3mm）に加工し、試料（酸化物磁性材料）を製造した。

【0044】上記製造方法の効果を実証するため、製造

条件を替えて各種の試料を製造し、各試料について高周波特性を測定した。この特性測定の手順は、第1の実施の形態と同様であるので、その説明を省略する。

【0045】また、試料の製造条件も第1の実施の形態と同様である。つまり、非磁性粉体（工業用陶土）は、シリカ、アルミナ、アルカリ等を含み、前記表1に示すように、シリカ成分が30～85wt％、アルミナ成分が10～45wt％、アルカリ成分が5～25wt％、有機バインダー成分が0.1～2wt％の組成となっている。

【0046】そして、NiZn系フェライト粉体は、基本成分として Fe_2O_3 が43～50モル％、 ZnO が10～35モル％、 CuO が3～15モル％であって、残部がNiOの組成であり、その粒子径は1000 μm 以下である。

【0047】各試料の反射減衰量は、第1の実施の形態と同様に得ることができた。その結果、本形態の各試料では、数百MHz帯～数GHz帯域にて10dB以上の反射減衰量が得られることを確認できた。

【0048】また、試料の厚さを可変することにより、反射減衰（電波吸収）の帯域を変化させることができ、所望する周波数帯域について電波吸収特性を適宜に発現させることができることを確認した。

【0049】従って第1の実施の形態と同様に、高い周波数帯域で良好な電波吸収特性を得ることができ、しかもその電波吸収の帯域設定を広帯域で適宜に設定可能である。

【0050】本発明の第4の実施の形態を説明する。本形態は、MgZn系フェライト材料を用いて酸化物磁性材料を製造する方法の一例である。基本的な処理手順は、MnZn系フェライト材料のものと同様である。

【0051】まず第1の実施の形態と同様に、MgZn系フェライト粉体（FDK株式会社製：HD12材）と非磁性粉体を所定量秤量し、所定の混合比とするために混合機により乾式混合する。これにより、混合粉体を製造する。非磁性粉体は、シリカ、アルミナ、アルカリ等を含む工業用陶土である。

【0052】次に、その混合粉体に成形のための圧力2ton/cm²を加えて、トロイダルリング形状に成形し、この後、大気中にてトップ温度1200℃で1時間の焼成を行い、焼結体を製造する。そして、得られた焼結体をトロイダル形状（外径：7mm、内径：3mm、厚さ：3mm）に加工し、試料（酸化物磁性材料）を製造した。

【0053】上記製造方法の効果を実証するため、製造条件を替えて各種の試料を製造し、各試料について高周波特性を測定した。この特性測定の手順は、第1の実施の形態と同様であり、その説明を省略する。

【0054】また、試料の製造条件も第1の実施の形態と同様である。つまり、非磁性粉体（工業用陶土）は、

シリカ、アルミナ、アルカリ等を含み、前記表1に示すように、シリカ成分が30～85wt%、アルミナ成分が10～45wt%、アルカリ成分が5～25wt%、有機バインダー成分が0.1～2wt%の組成となっている。

【0055】そして、MgZn系フェライト粉体は、基本成分としてFe₂O₃が46～49モル%、MgOが24～27モル%、ZnOが18～21モル%、MnOが4～7モル%、CuOが1～4モル%であり、その粒子径は1000μm以下である。

【0056】各試料の反射減衰量は、第1の実施の形態と同様に得ることができた。その結果、本形態の各試料では、数百MHz帯～数GHz帯域にて10dB以上の反射減衰量が得られることを確認できた。

【0057】また、試料の厚さを可変することにより、反射減衰（電波吸収）の帯域を変化させることができ、所望する周波数帯域について電波吸収特性を適宜に発現させることができることを確認した。

【0058】従って第1の実施の形態と同様に、高い周波数帯域で良好な電波吸収特性を得ることができ、しかもその電波吸収の帯域設定を広帯域で適宜に設定可能である。

【0059】

【発明の効果】以上のように、本発明に係る酸化物磁性材料の製造方法では、MnZn系、NiZn系、MgZn系などのフェライト粉体に、シリカ、アルミナ、アルカリ等を含む非磁性粉体（工業用陶土）を所定量秤量して混合粉体を製造し、その混合粉体に成形圧力を加えて、所定形状に成形し、この後、大気中あるいは雰囲気中にて設定トップ温度で所定時間の焼成を行って焼結体を製造するので、得られた焼結体（酸化物磁性材料）は、混合した各材料の特質を相互に作用させたものとなり、高い周波数帯域でも反射減衰量を高値にでき、良好な電波吸収特性を発現する。

【0060】また、混合した各材料の特質を生かして電波吸収の帯域設定を広帯域で適宜に設定可能であり、電波吸収体として好ましく使用できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】非磁性粉体aの粒度分布を示すグラフ図である。

【図2】非磁性粉体bの粒度分布を示すグラフ図であ

る。

【図3】非磁性粉体cの粒度分布を示すグラフ図である。

【図4】MnZn系フェライト材料と非磁性粉体aを混合し、大気焼成して得られた試料（混合量変数）の反射減衰特性を示すグラフ図である。

【図5】MnZn系フェライト材料と非磁性粉体bを混合し、大気焼成して得られた試料（混合量変数）の反射減衰特性を示すグラフ図である。

10 【図6】MnZn系フェライト材料と非磁性粉体cを混合し、大気焼成して得られた試料（混合量変数）の反射減衰特性を示すグラフ図である。

【図7】MnZn系フェライト材料と非磁性粉体aを混合し、大気焼成して得られた試料（厚さ変数）の反射減衰特性を示すグラフ図である。

【図8】MnZn系フェライト材料と非磁性粉体bを混合し、大気焼成して得られた試料（厚さ変数）の反射減衰特性を示すグラフ図である。

20 【図9】MnZn系フェライト材料と非磁性粉体cを混合し、大気焼成して得られた試料（厚さ変数）の反射減衰特性を示すグラフ図である。

【図10】雰囲気焼成の作業条件を説明するタイムチャートである。

【図11】MnZn系フェライト材料と非磁性粉体aを混合し、雰囲気焼成して得られた試料（混合量変数）の反射減衰特性を示すグラフ図である。

【図12】MnZn系フェライト材料と非磁性粉体bを混合し、雰囲気焼成して得られた試料（混合量変数）の反射減衰特性を示すグラフ図である。

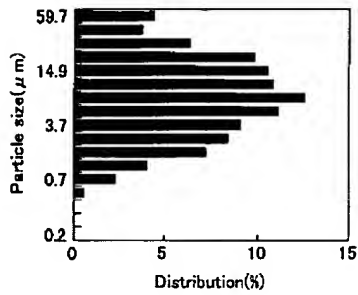
30 【図13】MnZn系フェライト材料と非磁性粉体cを混合し、雰囲気焼成して得られた試料（混合量変数）の反射減衰特性を示すグラフ図である。

【図14】MnZn系フェライト材料と非磁性粉体aを混合し、雰囲気焼成して得られた試料（厚さ変数）の反射減衰特性を示すグラフ図である。

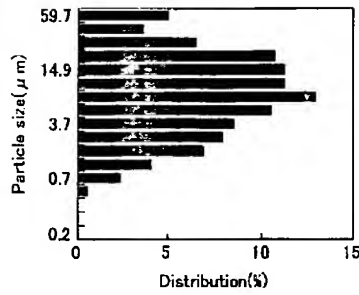
【図15】MnZn系フェライト材料と非磁性粉体bを混合し、雰囲気焼成して得られた試料（厚さ変数）の反射減衰特性を示すグラフ図である。

40 【図16】MnZn系フェライト材料と非磁性粉体cを混合し、雰囲気焼成して得られた試料（厚さ変数）の反射減衰特性を示すグラフ図である。

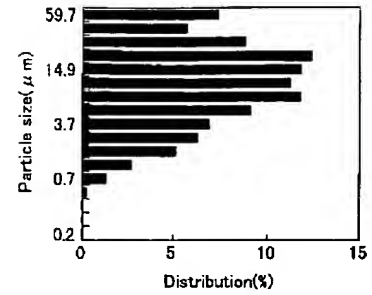
【図1】



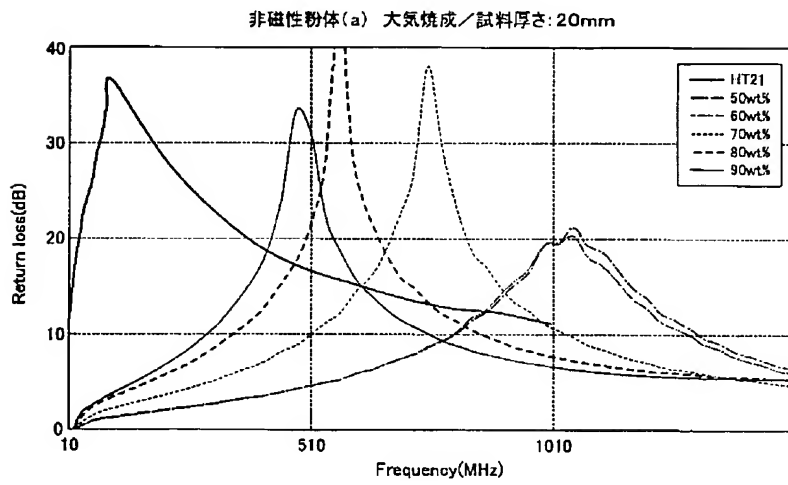
【図2】



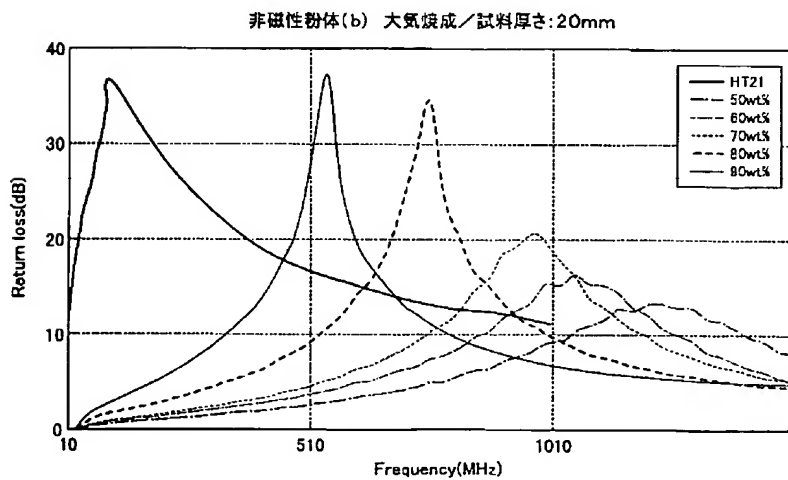
【図3】



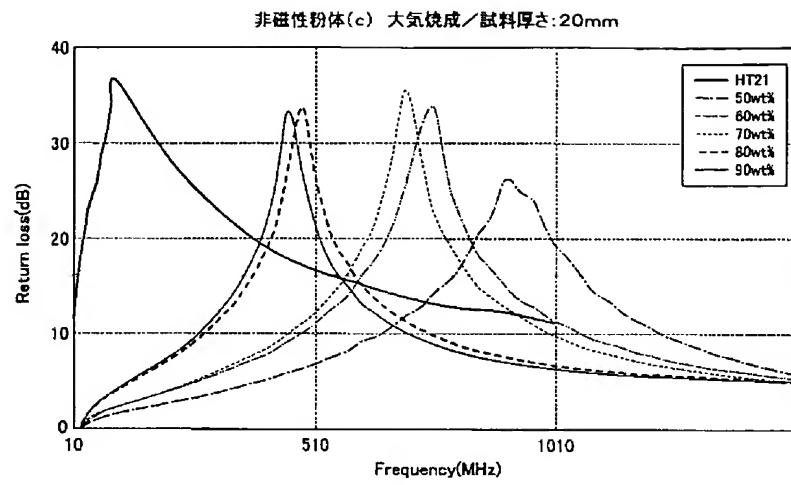
【図4】



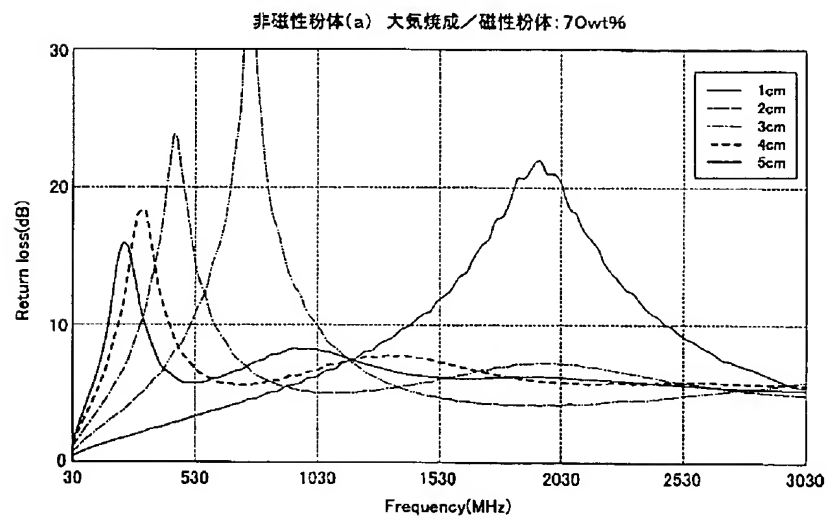
【図5】



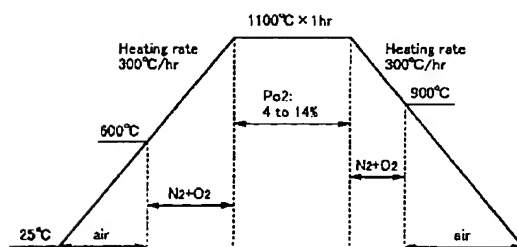
【図6】



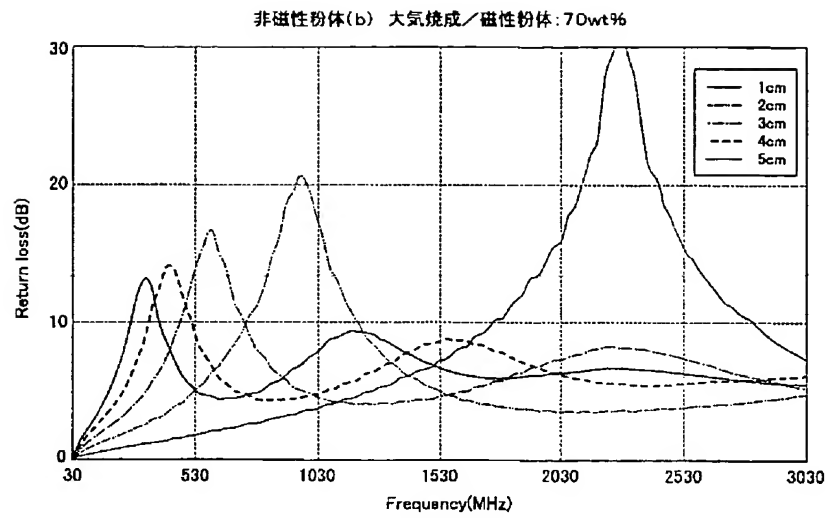
【図7】



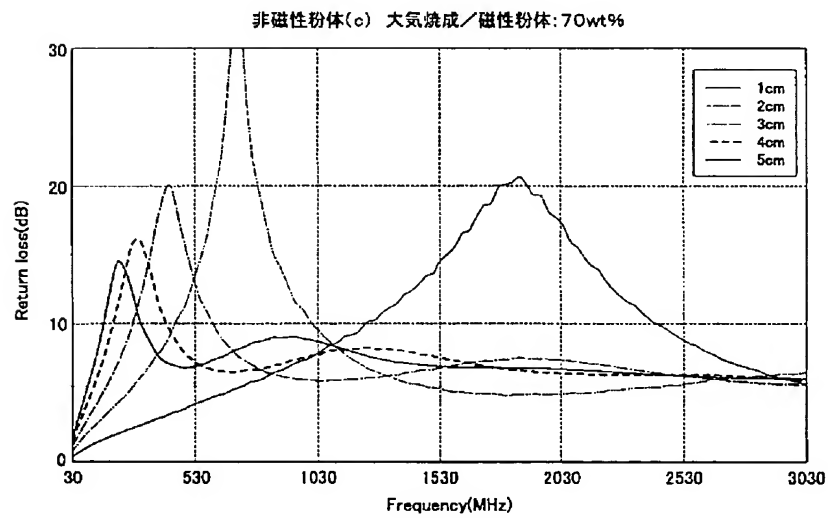
【図10】



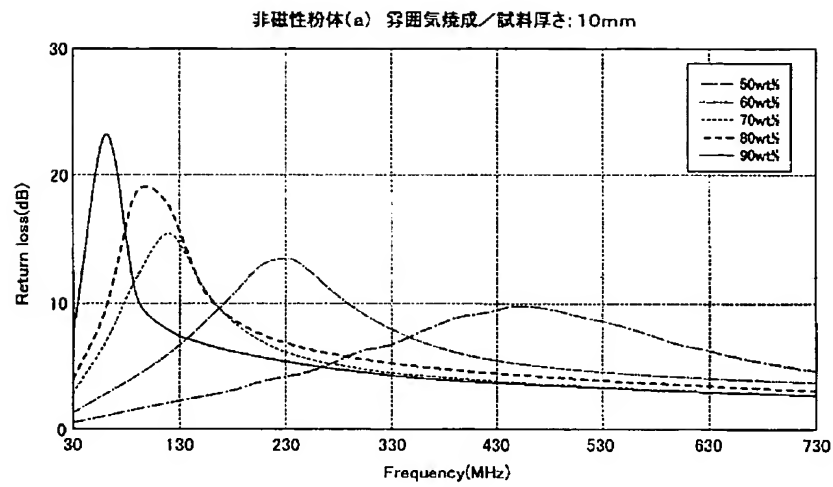
【図8】



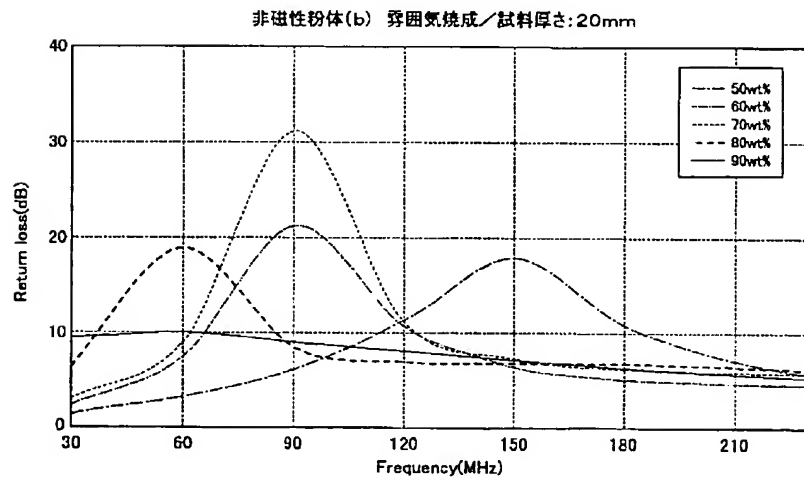
【図9】



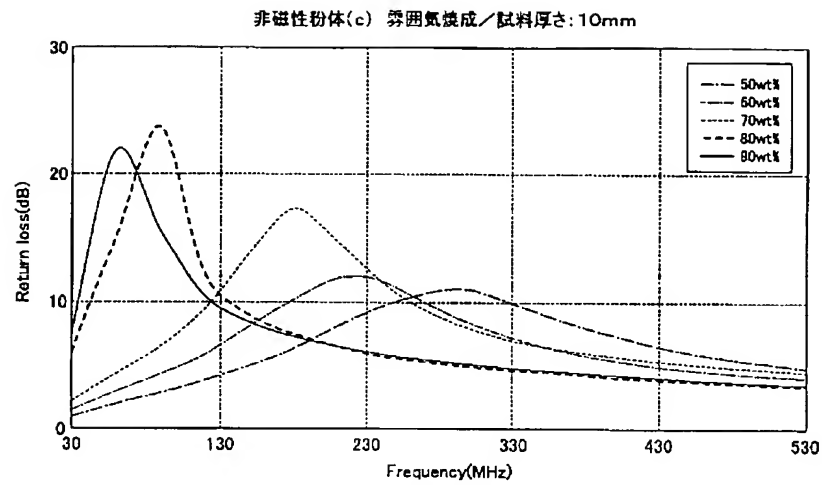
【図11】



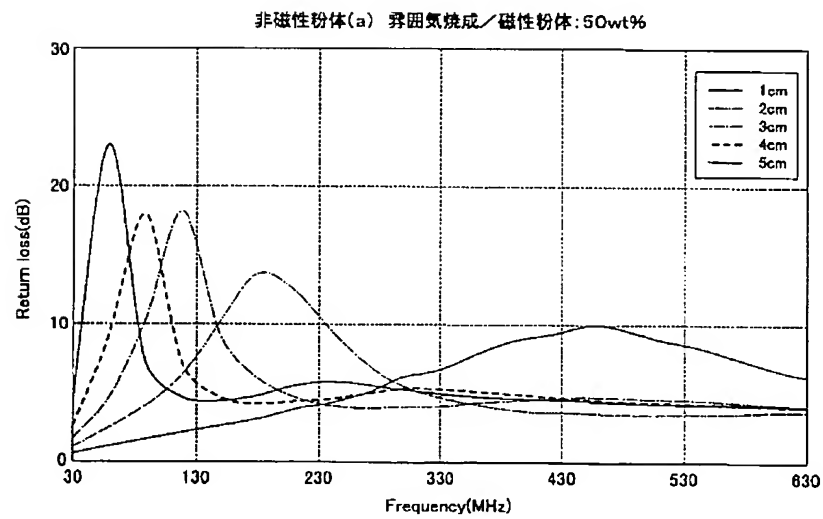
【図12】



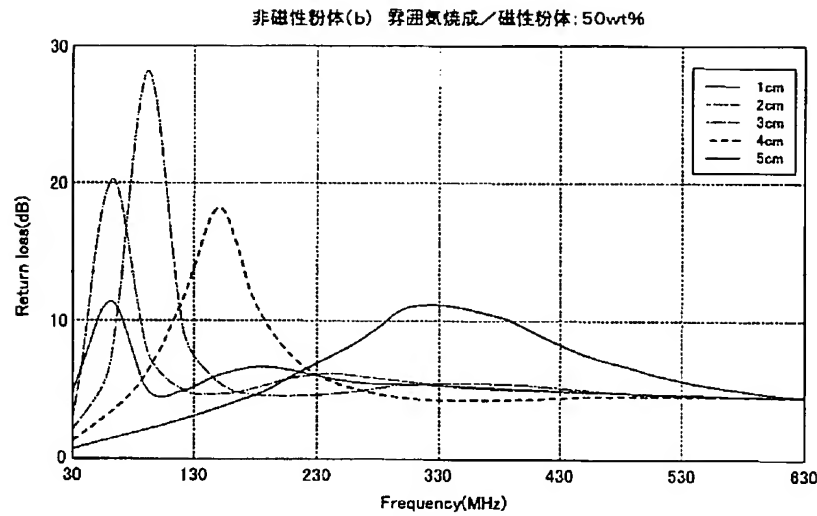
【図13】



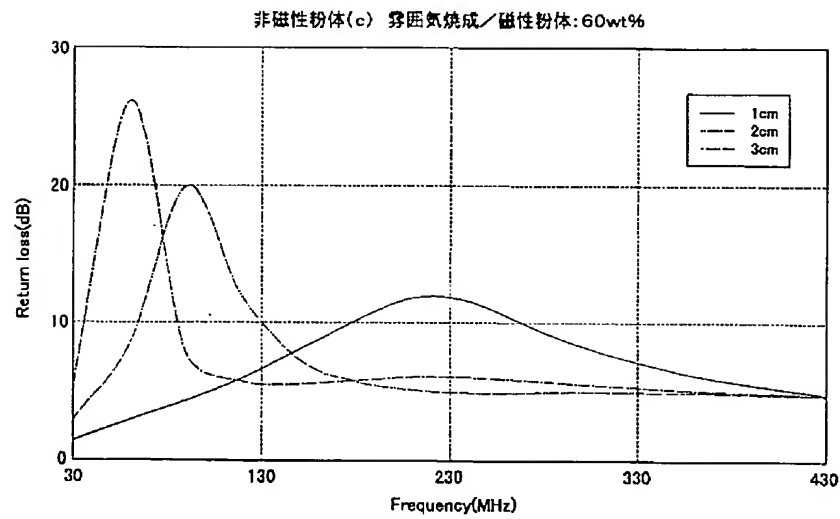
【図14】



【図15】



【図16】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁷

識別記号

F I

テーマコード(参考)

C 04 B 35/26

L

(72)発明者 秋山 哲志

東京都港区新橋5丁目36番11号 エフ・デ
ィー・ケイ株式会社内

Fターム(参考) 4G018 AA01 AA03 AA05 AA07 AA08

AA21 AA23 AA24 AA25 AA28

AA31 AC03 AC05 AC13 AC16

5E041 AA11 AA19 AB02 BD01 CA10

HB11 HB17 NX06 KN18

5E321 BB31 BB51 BB60 GG07 GG11